

Abstract attached

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—9230

⑨ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和56年(1981)1月30日

C 03 B 20/00

7344—4G

37/00

7730—4G

// G 02 B 5/14

7529—2H

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 高純度石英ガラス管の製造方法

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑯ 特 願 昭54—81760

⑰ 出 願 昭54(1979)6月28日

⑱ 発 明 者 中原基博

⑲ 発 明 者 塙文明

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑳ 出 願 人 日本電信電話公社

㉑ 発 明 者 千田和憲

㉒ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

# 明 細 書

1. 発明の名称 高純度石英ガラス管の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. ガラス微粒子合成トーチの中心軸をステージの回転軸から所要の距離だけ離して前配合トーチとステージとを設置し、この合成トーチにより、火炎加水分解反応または酸化反応によつて、 $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 、 $\text{POCl}_3$ 、 $\text{BBr}_3$ 等のガラス原料を反応させ、生成される $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 等のガラス微粒子を、前記ステージを回転および上下に移動させる装置により、回転中のステージ上に、そのステージの上部からリング状に付着堆積させて、中心に空洞を有する多孔質ガラス体を形成し、次に前記多孔質ガラス体を加熱して、透明なガラス管を得ることを特徴とする高純度石英ガラス管の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は石英ガラス管の製造方法に関する。

近年、光通信用ガラスファイバ(以下単に光フ

ファイバという)の急速な発展にともない不純物を完全に除去した高純度石英ガラス管が要求されている。中でも低損失光ファイバの製造方法として知られている内付け法(Inside Vapor Oxidation DepositionまたはModified Chemical Vapor Deposition)は、出発材として石英ガラス管を使用するので、石英ガラス管の品質が製造した光ファイバの伝送特性や機械強度などを大きく左右する。このため、OH基、遷移金属等の不純物や残留気泡、異物などが極めて少ない石英ガラス管が望まれている。

従来、石英ガラス管は天然水晶またはけい石を粉砕し、粒径をそろえたもの(水晶粉という)を原料として製造する。従来の代表的な製造方法(ベルヌイ法、工業材料 第24巻 第6号 P.63を参照)の概念図を第1図に示す。第1図において、1は原料である水晶粉、2はバーナ、3は酸水素炎、4は合成された石英ガラスブロック、5はステージ、6はステージを回転および上下移動させる装置、7は断熱部である。バーナ2中に酸水素ガ

( 2 )

と水晶粉ノを導入し、約2000℃で石英ガラスを回転するステージ5の上に合成する。石英ガラスの合成速度に応じて、ステージ5を回転および上下移動させる装置6により下降させる。このようにして合成された石英ガラスブロック4の大きさは、約200mm×100mm程度である。次に製造された石英ガラスブロック4の中に含まれる大きな気泡や異物等を砕いて除去し、きれいな部分だけを約2000℃程度で再溶融して、所定の筒型を通して石英ガラス管を製造する。この方法によれば、天然水晶が出発材料であるので、製造過程の高純度化を図つても原料として用いる水晶粉の高純度化を図るのが難しく、OH基や遷移金属などの混入の少ない石英ガラス管を製造するのが難しいという欠点があった。

たとえば、天然水晶中には、30~50ppmのOH基が混入しており、これを水晶粉として用いて第1図に示す方法によつて石英ガラスブロックを合成した場合、石英ガラスブロック中のOH基含有量は200~500ppmであり、酸水素炎をプラズマ

3

本発明は前述の欠点に鑑みなされたもので、その目的は超高純度で残留気泡がなく、かつ屈折率、軟化点等の調整が容易な石英ガラス管の製造方法を提供することにある。以下図面により本発明を詳細に説明する。

本発明について概略すると、本発明は回転しながら引き下げられるステージの上に、ガラス微粒子を吹き付けて中心部に空洞を有する棒状の多孔質ガラス体を堆積形成し、次に前記多孔質ガラス体を溶融して透明ガラス体とすると同時に、管体を形成することを特徴とする石英ガラス管の製造方法である。

第2図は本発明の一実施例に使用した装置の概略図であつて、2は四塩化シリコン( $\text{SiCl}_4$ )等のガラス原料および酸水素ガス等を供給する原料供給装置である。22はガラス微粒子合成トーチで、22はガラス微粒子合成トーチ22によつて合成されるガラス微粒子を含むフレーム、24は本発明によつて形成される多孔質ガラス体、26は回転しながら引き下げられるステージ、28はステージを回転

( 3 )

炎に変えて(水晶粉溶融用熱源からOH基が混入しない。)石英ガラスブロックを合成した場合でも、OH基含有量は2~10ppm程度までしか低減化できないという欠点があつた。OH基だけでなく、天然水晶中には遷移金属等も多く含まれており、この低減化も不可能である。

また0.05~0.1mm程度の大きさの水晶粉から直接、透明な石英ガラスを合成するので、石英ガラスブロック中には、大小様々な気泡が残留し易く、大きなものは石英ガラス管に整形する前の再溶融時に除去されるが、微小なもの(10~100 $\mu\text{m}$ )は製造される石英ガラス管中に残留する欠点があつた。

さらに水晶粉から直接、透明な石英ガラスを合成するため、第1図に示した石英ガラスブロック4の表面は、1700~1900℃の高温になるので、石英ガラスの屈折率、軟化温度、熱膨張係数等を調整するために用いられる $\text{GeO}_2$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 等(以下ドーパント材という)を石英ガラス中に混入するのが難しいという欠点があつた。

( 4 )

および上下移動させる装置、27は空洞である。

原料供給装置2から $\text{SiCl}_4$ などのガラス原料および $\text{H}_2$ ガスや $\text{O}_2$ ガスを別個にガラス微粒子合成トーチ22に導通する。 $\text{SiCl}_4$ は酸水素ガスの燃焼による加水分解および酸化反応により500~1000 $\mu\text{m}$ の粒径のガラス微粒子( $\text{SiO}_2$ )22となり、回転するステージ28の上に堆積して多孔質ガラス体24を形成する。ステージ28はステージを回転および上下移動させる装置6により回転しながらガラス微粒子堆積速度に応じた速度で引き下げられる。この過程においてステージ28の回転軸と、ガラス微粒子合成トーチ22で合成されるガラス微粒子22がステージ28上に堆積する位置とをずらすことにより、形成される多孔質ガラス体は中心が空洞27になる。

この工程を第3図により詳細に説明する。第3図(a)は空洞を有する多孔質ガラス体を作製する初期段階の状態を示す断面図、第3図(b)は所定の寸法の空洞を有する多孔質ガラス体が連続的に作製されている状態を示す断面図である。

( 6 )

まずガラス微粒子合成トーチ22の中心軸 $C_1$ をステージ22の回転軸 $C_0$ から距離 $a$ の位置に設置する。この状態で多孔質ガラス体を作製すると、その初期段階で第3図(a)に示すような形のものが得られる。この状態からガラス微粒子を堆積させると第3図(b)に示すような多孔質ガラス体が形成される。第3図(b)において多孔質ガラス体管の肉厚 $2b$ は、ガラス微粒子合成トーチの構造や寸法により決定される。すなわちステージ22の回転軸 $C_0$ とガラス微粒子合成トーチ22の中心軸 $C_1$ の距離 $a$ は、ガラス微粒子合成トーチの構造や寸法によつて決定される多孔質ガラス体管の肉厚の $1/2$ より大きく設定することが必要である。またガラス微粒子合成トーチの選択と距離 $a$ の設定を適当に組み合わせることにより、所望の寸法を有する多孔質ガラス体管が得られる。得られた多孔質ガラス体管を高温炉で加熱して透明なガラス管を得る。

本発明では第2図に示すようにガラス微粒子をステージ22の上に堆積させるので、堆積面上に付

着されなかつたガラス微粒子は、すべて上部に排気され、すでに形成された多孔質ガラス体管の表面に付着することはない。このため多孔質ガラス体の密度は非常に均一であり、透明化した後に得られたガラス管は、内面、外面ともに鏡面状態にあり、寸法精度の優れたものが作製される。

本発明によれば出発ガラス原料である $SiO_2$ は99.99~99.9999%の高純度のものが容易に入手できるので、これらの原料を使用することにより作製される石英ガラス管は、可視、近赤外の光損失の原因となる遷移金属等の含有量が極めて少ない高純度のものが得られる。また透明ガラス化する前に、多孔質ガラス体を $SOCl_2$ 、 $Cl_2$ 、 $CCl_4$ 、 $POCl_3$ 等の雰囲気中にさらし、1000℃以上の温度で熱処理することによつて、OH基含有量を0.1ppm以下まで低減化できる。さらに本発明では $SiO_2$ とともに、 $GeCl_4$ 、 $BBr_3$ 等を気相状態で合成トーチに導入し、各ガラス微粒子をステージ上に堆積させることにより、任意の屈折率を有する石英系ガラス管を作製できる。次に実施例につ

( 7 )

( 8 )

いて述べる。

#### 実施例 1

ガラス微粒子合成トーチ22として、第4図に示す同心円状に配置された四重管バーナを使用した。この四重管バーナの第1孔内径は2mm、最外径は13mmである。第1孔から $SiO_2$ 、第2孔からArガスを850 $\frac{cc}{min}$ 、第3孔から $H_2$ ガスを2 $\frac{l}{min}$ 、第4孔から $O_2$ ガスを4.5 $\frac{l}{min}$ を、それぞれ流して、 $SiO_2$ ガラス微粒子を合成した。あらかじめ四重管バーナの中心軸をステージの回転軸から20mm離れた所に設置した。多孔質ガラス体管の堆積速度は90 $\frac{mm}{時間(hour)}$ であつた。6時間で約60cmの長さの外径60mm、内径20mmの多孔質ガラス体管を作製できた。これを約1000℃で2時間 $SOCl_2$ 雰囲気中で熱処理した後、1500℃で透明ガラス化して石英ガラス管を得た。透明化した後のガラス管の寸法は、外径32mm、内径11mmで、長さ方向に均一であつた。またOH基含有量は0.1ppmであつた。

9

#### 実施例 2

四重管バーナの中心軸をステージの回転軸から20mm離れた所に設置し、その他は実施例1と同様にして多孔質ガラス体管を作製した。得られた多孔質ガラス体管の寸法は、外径80mm、内径40mmであつた。これを実施例1と同様にして透明なガラス管を得た。この場合の寸法は外径45mm、内径11mmであり、長さ方向に均一であつた。またOH基も0.1ppmであり、高純度な石英ガラス管が得られた。

以上の説明から明らかなように、本発明の高純度石英ガラス管の製造方法によれば、次のような利点がある。

- (1) 石英ガラス管の内径および外径の変動がなく、内面、外面とも鏡面状態の石英ガラス管が得られる。
- (2)  $SiO_2$ 等を原料にすることにより、光損失の原因となる遷移金属の含有量が極めて少ない石英ガラス管を製造できる。
- (3) 石英ガラス管の内径、外径の調整が容易であ

( 10 )

る。

- (4) 多孔質ガラス体を  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{GeCl}_4$  等の雰囲気中で熱処理することにより、OH基含有量を0.1 ppm以下まで低減できる。
- (5)  $\text{GeCl}_4$ 、 $\text{BBr}_3$  等のドーパント材の添加が容易であり、任意の屈折率、軟化点を有する石英系ガラス管を製造できる。

したがって本発明により製造した石英ガラス管を、光ファイバ用母材の製造に使用すれば、極めて光損失の少ない光ファイバが製造できる。

#### 4図面の簡単な説明

第1図は従来の代表的な石英ガラス管の製造方法の概念図、第2図は本発明の一実施例に使用した装置の概略図、第3図(a)は空洞を有する多孔質ガラス体を作製する初期段階の状態を示す図、第3図(b)は空洞を有する多孔質ガラス体が連続的に作製されている状態を示す断面図、第4図は四重管バーナの断面図である。

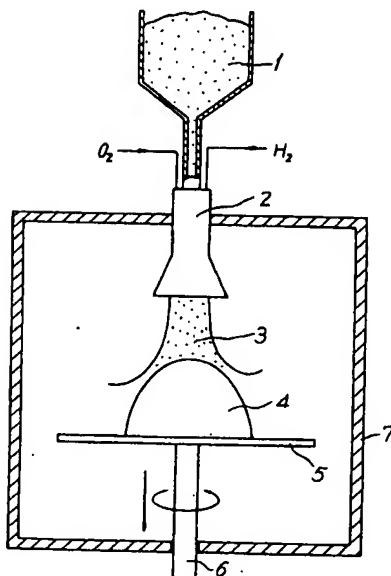
1…水晶粉、2…バーナ、3…微水素炎、4…石英ガラスブロック、5…ステージ、6…ステー

ジを回転および上下移動させる装置、7…断熱部、  
 11…原料供給装置、12…ガラス微粒子合成トーチ、  
 13…ガラス微粒子を含むフレーム、14…多孔質ガラス体、15…ステージ、16…ステージを回転および上下移動させる装置、  
 17…ステージの回転軸、  
 18…ガラス微粒子合成トーチの中心軸。

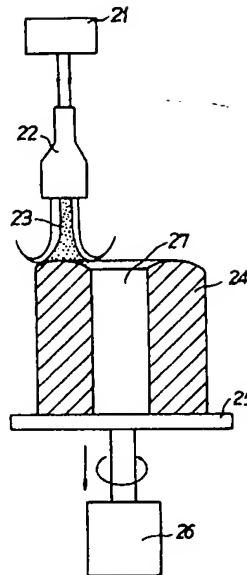
特許出願人 日本電信電話公社

代理人弁理士 杉 村 暁 秀  
 同 弁理士 杉 村 興 作

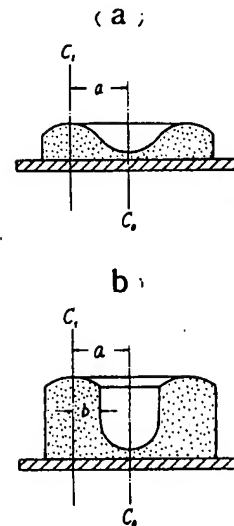
第1図



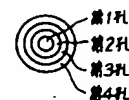
第2図



第3図



第4図



[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)☐ [Generate Collection](#)    [Print](#)

L9: Entry 38 of 41

File: DWPI

Jan 30, 1981

DERWENT-ACC-NO: 1981-20455D

DERWENT-WEEK: 198112

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: High purity quartz glass tube prodn. - by forming fine glass granules produced by flame hydrolysis or oxidn. using torch

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

NIPPON TELEGRAPH &amp; TELEPHONE CORP

NITE

PRIORITY-DATA: 1979JP-0081760 (June 28, 1979)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> <a href="#">JP 56009230 A</a>	January 30, 1981		000	
<input type="checkbox"/> <a href="#">JP 86043290 B</a>	September 26, 1986		000	

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 56009230A	June 28, 1979	1979JP-0081760	

INT-CL (IPC): C03B 20/00; C03B 37/00; G02B 5/14; G02B 6/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 56009230A

BASIC-ABSTRACT:

Quartz glass tube having very low transition metals content and less than 0.1 ppm of OH radical content, is for use as material in prodn. of photo-transmitting glass fibres.

Quartz glass tube is produced by providing a glass fine particles-producing torch and a stage in such a manner that the centre axis of the torch and the rotating axis of the stage are pre-determined distance apart; supplying glass material, e.g. SiCl<sub>4</sub>, GeCl<sub>4</sub>, POCl<sub>3</sub> and BBr<sub>3</sub> etc. and H<sub>2</sub> and O<sub>2</sub>, separately to the torch to form by flame hydrolysis of oxidn. fine glass granules, having granular size 500-1,000 Angstroms e.g. made of SiO<sub>2</sub>, GeO<sub>2</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> etc. on the surface of the rotating stage by accumulation; moving downwardly the rotating stage so that the fine glass granules are deposited in ring form and formed into a porous glass article having cavity at the centre; and subsequently heating the porous glass prod. to give a transparent glass tube.

TITLE-TERMS: HIGH PURE QUARTZ GLASS TUBE PRODUCE FORMING FINE GLASS GRANULE PRODUCE